

1 **仮訳**2 **カルボキシメチルセルロースナトリウム**3 **Carboxymethylcellulose Sodium**4 **カルメロースナトリウム**5  
6 本品は、部分的に *O*-カルボキシメチル化したセルロースのナトリウム塩である。

7 [9004-32-4]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ナトリウム 6.0 ~ 12.0%を含む(置換度 0.53~  
9 1.45 に相当する)。10  
11 **確認試験**12 A. 赤外吸収スペクトル測定法<sup>注1</sup> 臭化カリウム錠剤法又は ATR 法13 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品  
14 のスペクトルと本品の参照スペクトル(臭化カリウム錠剤法による)又はカルボキシメチルセルロ  
15 ースナトリウム標準品のスペクトル(臭化カリウム錠剤法又は ATR 法による)を比較するとき、両  
16 者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。17 B. 本品を粉末とし、その 1 g を水 50 mL に溶かし、均一に分散するまでかき混ぜるとき、  
18 澄明な粘性の液となる。19 C. B で得た液 2 mL に 15%炭酸カリウム 2 mL を加え、沸騰するまで加熱するとき、沈殿  
20 を生じない。さらにピロアンチモン酸カリウム試液 4 mL を加え、沸騰するまで加熱す  
21 る。氷水中で冷却し、必要ならばガラス棒で試験管の内側をこするとき、高密度の沈殿  
22 を生じる。

23 D. 定量法に適合する。

24  
25 **乾燥減量 <2.41>** 10.0%以下(105°C, 4 時間)。26  
27 **pH <2.54>** 本品を新たに煮沸して冷却した水に溶かした液(1→100)の pH は 6.0 ~ 8.5 であ  
28 る。29  
30 **塩化ナトリウム** 本品約 5 g を精密に量り、250 mL のビーカーに入れ、水 50 mL 及び過酸化水  
31 素(30)5 mL を加え、時々かき混ぜながら蒸気浴上で 20 分間加熱し、水和させる。冷却後、水  
32 100 mL 及び硝酸 10 mL を加え、絶えずかき混ぜながら 0.05 N <sup>注4</sup>硝酸銀で滴定<2.50>す  
33 る(電位差滴定法)。本品中の塩化ナトリウム(NaCl)の量(%)を次式により計算する。

34 
$$\text{塩化ナトリウムの量(\%)} = 584.4 VN / [(100 - b) W]$$

35 V: 硝酸銀の消費量(mL)

36 N: 硝酸銀の規定濃度

37 *b*: 乾燥減量 (%)

38 *W*: 本品の秤取量(g).

39 塩化ナトリウムは換算した乾燥物に対し 0.5%以下である.

40

41 **グリコール酸ナトリウム** ブランクー氷酢酸 5% (v/v) 及び水 5%(v/v)を含むアセトン溶液を調製す  
42 る.

43 試料溶液一本品約 500 mg を精密に量り, 100 mL のビーカーに入れ, 氷酢酸 5 mL で十分  
44 に湿らせ, 水 5 mL を加え, ガラス棒でかき混ぜて(約 15 分間)完全に水和させる. かき混ぜな  
45 がらアセトン 50 mL をゆっくりと加え, 塩化ナトリウム 1 g を加え, 数分間かき混ぜてカルボキシ  
46 メチルセルロースを完全に沈殿させる. あらかじめ少量のアセトンで湿らせたろ紙でろ過し, ろ液  
47 を 100 mL のメスフラスコに集め, さらにアセトン 30 mL を使って固形物を移動させながら, 残  
48 留物を洗う. ろ液にアセトンを加えて 100 mL に希釈し, 混和する. 24 時間静置した後, 澄明な  
49 上澄液を試料溶液とする.

50 標準溶液一室温でデシケーターで一晩乾燥したグリコール酸 100 mg を正確に量り, 100 mL  
51 のメスフラスコに入れ, 水に溶かし, 100 mL とし, 混和する. この標準原液は 30 日以内に使  
52 う. 標準原液 1.0 mL, 2.0 mL, 3.0 mL 及び 4.0 mL をそれぞれ別の 100 mL のメスフラスコ  
53 に入れる. 各フラスコに水を加えて 5 mL とし, 氷酢酸 5 mL を加え, アセトンを加えて 100 mL  
54 に希釈し, 混和する. これらの溶液はグリコール酸 0.01, 0.02, 0.03 及び 0.04 mg/L を含む.

55 操作—ブランク 2.0 mL, 試料溶液 2.0 mL 及び標準溶液 2.0 mL をそれぞれ別の 25 mL の  
56 メスフラスコに入れる. 栓をせずにフラスコを正確に 20 分間沸騰水浴中で加熱し, アセトンを蒸  
57 発させた後, 水浴から取り出して冷却する. それぞれのフラスコに 2,7-ジヒドロキシナフタレン試  
58 液 5 mL を加え, 混和し, さらに 2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 15 .0mL を加えて再び混和す  
59 る. それぞれのフラスコの口をアルミホイルの小片で覆い, フラスコを真つすぐに 20 分間沸騰水  
60 浴中で加熱し, 水浴から取り出して冷却し, 硫酸で希釈し 25 mL とし, 混和する. 適切な吸光  
61 光度計を用いて水を対照として 540 nm における吸光度を測定し, ブランク及び標準溶液から  
62 得た吸光度から検量線を作成する. 検量線及び試料溶液の吸光度から試料溶液中のグリコー  
63 ル酸の濃度(mg/mL)を求め, 次式で試料中のグリコール酸ナトリウムの量(%)を計算する.

64 
$$\text{グリコール酸ナトリウムの量}(\%) = (98.03 / 76.05)(cV) / [W(100 - \%LOD) / 100] \times 100$$

65 98.03: グリコール酸ナトリウムの分子量

66 76.05: グリコール酸の分子量

67 *c*: 検量線から求めた試料溶液中のグリコール酸の濃度(mg/mL)

68 *V*: 試料溶液の容量(100 mL)

69 *W*: 試料の秤取量(mg)

70 %LOD: 乾燥減量(%)

71 グリコール酸ナトリウムの量は換算した乾燥物に対し 0.5%以下である.

72

73 **硫酸ナトリウム** [注:この試験は製造工程で硫酸が使用されている場合にのみ必要]

74 検液—本品 0.5 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かす. この液 10 mL に塩酸 1 mL を加え, よ  
75 く振り混ぜて, 綿状の沈殿が生じるまで加熱し, 冷却し, 遠心分離する. 上澄液をとり, 沈殿を水  
76 10 mL で 3 回洗い, それぞれ遠心分離し, 上澄液と洗液を合わせる. 水で希釈して 50 mL と  
77 し, 10 mL をネスラー管に入れ, 水で希釈して 50 mL とする.

78 比較液—0.01 N<sup>注4</sup> 硫酸 0.40 mL をネスラー管に入れ, 希塩酸 1 mL を加え, 水を加えて 50  
79 mL とする.

80 操作—検液を酸性とし, 完全に澄明でない場合, 検液及び比較液を硫酸塩試験で陰性である  
81 ろ紙でろ過する. 各溶液に塩化バリウム試液 2 mL を加え, よく混和し, 10 分間放置する. 黒色  
82 の背景を用い, ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較する. 検液の呈する混濁は,  
83 比較液の呈する混濁より濃くない. (1.0%以下).

84

#### 85 定量法

86 滴定:

87 モード:直接滴定

88 滴定液:0.1 N<sup>注4</sup> 過塩素酸

89 本品を 105°C で 4 時間乾燥し, その約 200 mg を精密に量り, 100 mL のスクリューキャップ式  
90 ガラス瓶に入れ, 氷酢酸 75 mL を加え, マグネチックスターラーを入れ, スクリューキャップで瓶  
91 をしっかり閉じる. 瓶を, あらかじめ加熱した攪拌ブロック恒温槽に入れ, 激しくかき混ぜながら 2  
92 時間以上還流温度で加熱する. 室温に冷却し, 注意してスクリューを開き, マグネチックスターラ  
93 ーでかき混ぜながら 0.1 N<sup>注4</sup> 過塩素酸で滴定<2.50>する(電位差滴定法).

94 0.1 N<sup>注4</sup> 過塩素酸 1 mL = 2.299 mg Na (m)

95 次式によりナトリウム含量比(%)を求める.

96 
$$22.99 \times VN / W \times 100$$

97 V:過塩素酸の消費量(mL)

98 N:過塩素酸の規定濃度

99 W:乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

100

101 **粘度 <2.5>**<sup>注2</sup> 本品を乾燥せず, 乾燥物に換算して適切な濃度(ラベルに表示された 0.5%,  
102 1%, 2%又は 4%(w/w))の溶液 350 g となるような量を量る. 質量既知の広口瓶で攪拌した少  
103 量から 300 mL の水に加え, 粉末がよく濡れるまで速くかき混ぜ続け, 十分な水を加えて混合  
104 物の重さを 350 g とする. 物質が完全に溶けるまで, ラベルに表示された適切なスターラーを用  
105 いて 1000~2000 rpm の一定の回転速度で 90~150 分間かき混ぜる. 25°C に冷却しながら  
106 (水浴), 30 分間放置する. 本品の試料溶液の粘度を, ラベルに示された粘度計, スピンドル及  
107 び回転速度で測定する. 装置メーカーの指示に従って見かけ粘度を測定する. 次式を用いて  
108 乾燥物を基準として質量を計算する係数を求める.

109  $F_{TV} = (100 - b) / 100$

110  $b$ : 乾燥減量(%)

111  $F_{TV}$ : 乾燥物に換算するための係数

112 次式を用いて異なる濃度の 350 g の溶液を調製するのに必要な本品の量を計算する.

113  $C \times 350 / (F_{TV} \times 100)$

114  $C$ : 溶液中の本品の量[%( $w/w$ )]

115 許容基準: 粘度がラベル(分析試験成績書, パッケージの表示, 添付文書等を含む)に表示さ  
116 れた範囲内である.

117

118 **表示**<sup>注2</sup> 粘度測定パラメーター, 溶液濃度及び用いた装置の型(機器, スターラー等)を含め, 粘  
119 度測定結果及び許容範囲を表示する. 製造工程において硫酸を使用する場合, その旨表示す  
120 る.

121

122 **微生物限度** <4.05> 点眼剤の製造に用いる場合, 総好気性微生物数は 1 g 当り  $10^3$  以下であ  
123 り, 総真菌数は 1 g 当り  $10^2$  以下である. また, 大腸菌を認めない.

124

125 **試薬及び溶液**<sup>注3</sup>

126 **ピロアンチモン酸カリウム試液**

127 本品 2 g を熱水 85 mL に溶かす. すばやく冷却し, 50 mg/mL 水酸化カリウム溶液 50 mL  
128 及び水酸化ナトリウム溶液(8.5→100)1 mL を加える. 24 時間放置し, ろ過し, 水で希釈して  
129 150 mL とする.

130

131 **2,7-ジヒドロキシナフタレン試液**

132 2,7-ジヒドロキシナフタレン 100 mg を硫酸 1000 mL に溶かし, 黄色が消えるまで放置す  
133 る. 溶液がごく暗いときは, その溶液を捨て, 別の硫酸から新しい溶液を調製する. この溶液は  
134 遮光瓶に保存して約 1 箇月間安定である.

135

136 **0.1 N**<sup>注4</sup> **過塩素酸**

137  $\text{HClO}_4$ , 100.46

138 1000 mL 中 10.05 g

139 過塩素酸 8.5 mL を氷酢酸 500 mL 及び無水酢酸 21 mL と混和し, 冷後, 氷酢酸を加え  
140 て 1000 mL とする. 又は, 溶液を以下のように調製してもよい. 60% 過塩素酸 11 mL を氷酢  
141 酸 500 mL 及び無水酢酸 30 mL と混和し, 冷後, 氷酢酸を加えて 1000 mL とする.

142 調製した溶液を 1 日間放置して過剰の無水酢酸を反応させ, 方法 I (*Water*

143 *Determination*<921>を参照)により水分含量を測定する. 但し, 水約 1 mg を含むと予想され  
144 る 0.1 mol/L 過塩素酸約 5 g の試験液及び 1 mL が水約 1~2 mg に相当するように希釈され

145 た試薬 (*Water Determination*<921>方法 Ia の試薬を参照)は使用しない。水分が 0.5%を  
146 超える場合は、さらに無水酢酸を加える。溶液が滴定できる量の水を含まない場合、0.02%～  
147 0.5%の水分量を得るのに十分な水を加える。溶液を1日間放置し、そして再び水分量を滴定す  
148 る。このようにして得られた溶液は 0.02%～0.5%の水を含み、これは無水酢酸がないことを示  
149 す。

150 標定:あらかじめ軽く粉碎し、120°Cで2時間乾燥したフタル酸水素カリウム約 700 mg を精  
151 密に量り、250 mL のフラスコ中で氷酢酸 50 mL に溶かす。クリスタルバイオレット試液 2 滴を  
152 加え、液の紫色が青緑色に変わるまで過塩素酸溶液で滴定<2.50>する。氷酢酸 50 mL が消  
153 費する過塩素酸の量を差し引く。フタル酸カリウム 20.422 mg は、0.1 N<sup>注4</sup>過塩素酸 1 mL に  
154 相当する。

155 0.1 N<sup>注4</sup>過塩素酸 1 mL = 20.422 mg フタル酸水素カリウム

156 
$$N = \text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \text{ の秤取量(g)} / (0.20422 \times \text{HClO}_4 \text{ の消費量(mL)})$$
 (ブランクで補正)

157 注意—この滴定液を pH 調整、溶解液、又は希釈液などの定性に用いる場合、標定は必要な  
158 い。

159

160 次の規格項目は、非調和事項又は日本薬局方独自記載事項とすることで調和合意することを予  
161 定しています。

162 ①性状

163 ②貯法

164 注1:確認試験 A 赤外吸収スペクトル測定法<2.25>については、日本薬局方は参照スペクトルと  
165 の比較を規定し、欧州薬局方及び米国薬局方では標準品のスペクトルとの比較を規定する予  
166 定です。

167 注2:粘度については、日本薬局方には規定しないことで調和合意することを予定しています。

168 注3:試薬・試液については、日本薬局方で既に収載されているものを可能な限り利用する予定で  
169 す。

170 注4:日本薬局方では、規定濃度に代えてモル濃度記載とする予定です。